dann mit wenig konzentrierter Salzsäure gelinde erwärmt und eventuell filtriert. Antimon bleibt hierbei ungelöst, während Zinn als Zinnchlorür ($SnCl_2$) in Lösung geht, das sich also im Filtrate vorfindet und durch die folgenden Proben erkannt wird:

Zinn. a) Einen Teil des Filtrates versetzt man mit einigen Tropfen Quecksilberchloridlösung; enthält es Zinn, so entsteht ein weisser Niederschlag von Quecksilberchlorür, der beim Erwärmen in graues, metallisches Quecksilber übergeht, falls Zinnchlorür im Ueberschusse vorhanden ist.

b) Ein anderer Teil des Filtrates gibt, falls dieses zinnhaltig ist, mit einigen Tropfen einer verdünnten Mischung aus Ferrichlorid und Ferricyankalium einen blauen Niederschlag von Berlinerblau.

Diese Probe ist nicht charakteristisch für Zinn, da es viele Substanzen gibt, die Ferri-Ferricyanid zu Ferri-Ferrocyanid, also zu Berlinerblau, reduzieren.

Zum weiteren Nachweis des Antimons werden die in Salzsäure ungelöst gebliebenen schwarzen Flocken in einigen Tropfen heissem Königswasser gelöst, dann wird die überschüssige Säure auf dem Wasserbade verdampft und der Rückstand mit Wasser verdünnt. Liegt nicht zu wenig Antimon vor, so wird hierbei weisses Antimonoxychlorid gefällt, das sich in wenig verdünnter Salzsäure leicht wieder löst. Den einen Teil dieser salzsauren Lösung prüft man mit Schwefelwasserstoff auf Antimon, den andern Teil bringt man in den Apparat von Marsh, um Antimonflecke und Antimonspiegel zu erzeugen, bezw. um den Antimonwasserstoff mit Silbernitrat nachzuweisen. Vergl. Vorhergehendes (S. 137 und 138).

Metallgifte II.

Die Untersuchung des in Schwefelammonium unlöslichen Teiles vom Schwefelwasserstoffniederschlage.

Quecksilber, Blei, Kupfer, Kadmium, Wismut.

Der in Schwefelammonium unlösliche Teil des Schwefelwasserstoffniederschlages, welcher die Sulfide von Quecksilber, Blei, Kupfer, Kadmium und Wismut enthalten kann, lässt sich fast immer direkt nach dem allgemeinen qualitativ-analytischen Gange verarbeiten. Liegt nur wenig Niederschlag vor, so übergiesst man ihn auf dem Filter wiederholt mit einigen ccm heisser, mässig verdünnter Salpetersäure. (1 Vol. konz. Säure und 2 Vol. Wasser.) Quecksilbersulfid bleibt hierbei ungelöst, während die Sulfide von Blei, Kupfer, Wismut und Kadmium als salpetersaure Salze in Lösung gehen.

Die Untersuchung des Filterrückstandes auf Quecksilber.

Quecksilber. Ein Rückstand, der beim Behandeln des Schwefelwasserstoffniederschlages mit Salpetersäure bleibt, muss stets auf Quecksilber untersucht werden, auch wenn er nicht schwarz gefärbt ist!

Man übergiesst diesen Rückstand auf dem Filter wiederholt mit wenig heisser, mässig verdünnter Salzsäure, in der man vorher einige Kryställchen von chlorsaurem Kalium gelöst hat, dampft das Filtrat in einem Porzellanschälchen auf dem Wasserbade zur Trockene ein, nimmt den Rückstand in 2 bis 3 ccm salzsäurehaltigem Wasser auf, filtriert, und untersucht das klare Filter auf Quecksilber:

a) Einen Teil des Filtrats versetzt man mit einigen Tropfen Zinnchlorürlösung; bei Vorhandensein von Quecksilber entsteht ein weisser Niederschlag von Quecksilberchlorür, der auf weiteren Zusatz von Zinnchlorür, besonders beim Erwärmen, zu grauem, metallischem Quecksilber reduziert wird.

b) Einige Tropfen des Filtrats bringt man auf ein blankes Kupferblech, auf dem sich bei Anwesenheit von Quecksilber sofort ein grauer, beim Reiben glänzend werdender Fleck bildet. Wird das Kupferblech, auf dem sich Quecksilber befindet, mit Wasser, Alkohol und Aether ausgewaschen, getrocknet und in einer engen, schwer schmelzbaren Röhre erhitzt, so sublimiert das Quecksilber über, welches mit einer Spur Joddampf sich alsbald in das schön rot gefärbte Jodid HgJ_2 verwandelt.

c) Einen weiteren Teil des Filtrats erwärmt man gelinde mit phosphoriger Säure; enthält die Lösung Quecksilber, so entsteht ein weisser Niederschlag von Quecksilberchlorür [1]).

d) Den Rest der Lösung versetzt man mit 1 bis 2 Tröpfchen stark verdünnter Jodkaliumlösung: ein roter, im Ueberschusse des Fällungsmittels leicht löslicher Niederschlag (HgJ_2) zeigt Quecksilber an [2]).

Die Untersuchung der salpetersauren Lösung.

Die erhaltene salpetersaure Lösung, welche die Nitrate von Blei, Kupfer, Wismut und Kadmium enthalten kann, wird im Porzellanschälchen fast zur Trockene eingedampft, der Rückstand in wenig heissem Wasser gelöst und die filtrierte, klare Lösung mit verdünnter Schwefelsäure versetzt. Bei Vorhandensein von Blei entsteht ein schwerer, weisser, in basisch weinsaurem Ammonium löslicher Niederschlag von Bleisulfat. — Die vom Bleisulfatniederschlage abfiltrierte oder die mit Schwefelsäure klar gebliebene Lösung wird zunächst auf Kupfer und Wismut geprüft:

a) Man versetzt den grösseren Teil derselben mit Ammoniak im Ueberschuss: eine auftretende Blaufärbung zeigt dann Kupfer an. — Entsteht hierbei ein weisser Niederschlag, so kann

---

[1]) $2\begin{matrix}(HgCl|Cl)|\\(H_2|O)\end{matrix} + H_3PO_3 = Hg_2Cl_2 + 2HCl + H_3PO_4.$

[2]) α. $\begin{matrix}Hg|Cl_2\\2J|K\end{matrix} = HgJ_2 + 2KCl.$ — β. $HgJ_2 + 2JK = [HgJ_4]K_2.$

dieser aus Wismuthydroxyd[1]) bestehen; zum sicheren Nachweise des Wismuts löst man den erhaltenen Niederschlag, nach dem Abfiltrieren und Auswaschen, auf dem Filter in möglichst wenig heisser, verdünnter Salzsäure und giesst die klare Lösung in viel Wasser: es bildet sich jetzt ein weisser Niederschlag von Wismutoxychlorid, BiOCl, falls Wismut vorhanden ist. — Man kann weiterhin den Wismutoxychloridniederschlag wieder in Salzsäure lösen, dann Zinnchlorürlösung und Natronlauge im Ueberschusse hinzufügen und den schwarzen Niederschlag von metallischem Wismut erzeugen.

b) Man versetzt eine weitere Probe der Lösung mit Ferrocyankaliumlösung; ist Kupfer vorhanden, so entsteht je nach der Menge sofort ein braunroter Niederschlag von Ferrocyankupfer $[Fe(CN)_6]Cu_2$, oder nur eine braunrote Färbung der Lösung, aus der sich erst beim Stehen braunrote Flocken abscheiden.

c) Man taucht eine blanke Messerklinge oder einen blanken, eisernen Nagel in die auf Kupfer zu prüfende Lösung; ist Kupfer vorhanden, so überzieht die Klinge bezw. der Nagel mit einer roten Schicht von Kupfer.

Zum Nachweise des Kadmiums neben Kupfer versetzt man die unter a) mit überschüssigem Ammoniak erhaltene, eventuell vom Wismuthydroxyd abfiltrierte blaue Lösung mit Cyankalium bis zur Entfärbung und fügt starkes Schwefelwasserstoffwasser hinzu. Kadmium wird als gelbes Sulfid, CdS, gefällt, während Kupfer als Kaliumcuprocyanid $[Cu_2(CN)_6]K_4$, in Lösung bleibt. — Ist kein Kupfer vorhanden, hat sich also die nach a) erhaltene Lösung mit Ammoniak nicht blau gefärbt, so versetzt man dieselbe zur Prüfung auf Kadmium direkt mit Schwefelwasserstoffwasser. — Erhält man hierbei nicht einen gelben, sondern einen rötlich oder bräunlich gefärbten Niederschlag, so filtriere man ihn ab und erhitze ihn auf der Kohle mit der Lötrohrflamme: es wird ein brauner Beschlag erhalten, wenn der fragliche Niederschlag kadmiumhaltig ist.

Metallgifte III.

Die Untersuchung auf Chrom und Zink.

Das Filtrat von dem durch Schwefelwasserstoff erhaltenen Niederschlage muss noch auf Chrom und Zink untersucht werden. Es wird erst in einer flachen Porzellanschale auf ein kleineres Volumen, auf etwa $^1/_3$ des ursprünglichen Volumens, eingedampft, dann in zwei Teile geteilt.

---

[1]) Wässeriges Ammoniak fällt aus Wismutsalzlösungen nicht reines Hydroxyd, $Bi(OH)_3$, sondern basische Salze; die Zusammensetzung der letzteren ist von der Temperatur und Konzentration der betreffenden Lösungen abhängig.